

M1971-110

Hidetaka YAHAGI, et al

日 本 国 特 許 庁

JAPAN PATENT OFFICE

J6879 U.S. PRO  
10/091368



別紙添付の書類に記載されている事項は下記の出願書類に記載されている事項と同一であることを証明する。

This is to certify that the annexed is a true copy of the following application as filed with this Office

出 願 年 月 日

Date of Application:

2001年 3月 6日

出 願 番 号

Application Number:

特願2001-061547

出 願 人

Applicant(s):

富士電機画像デバイス株式会社  
奥野製薬工業株式会社

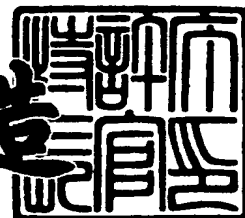
#5  
P.B.  
9-13-02



2001年11月16日

特 許 庁 長 官  
Commissioner,  
Japan Patent Office

及 川 耕 造



出証番号 出証特2001-3101231

【書類名】 特許願

【整理番号】 00P01788

【あて先】 特許庁長官殿

【国際特許分類】 G03G 5/14

【発明者】

【住所又は居所】 長野県松本市筑摩四丁目 1 8 番 1 号 富士電機画像デバイス株式会社内

【氏名】 矢萩 秀隆

【発明者】

【住所又は居所】 長野県松本市筑摩四丁目 1 8 番 1 号 富士電機画像デバイス株式会社内

【氏名】 仙庭 直幸

【発明者】

【住所又は居所】 長野県松本市筑摩四丁目 1 8 番 1 号 富士電機画像デバイス株式会社内

【氏名】 小橋 勝

【発明者】

【住所又は居所】 長野県松本市筑摩四丁目 1 8 番 1 号 富士電機画像デバイス株式会社内

【氏名】 山崎 幹夫

【発明者】

【住所又は居所】 長野県松本市筑摩四丁目 1 8 番 1 号 富士電機画像デバイス株式会社内

【氏名】 西牧 慎一郎

【発明者】

【住所又は居所】 大阪府大阪市鶴見区放出東 1 丁目 1 0 - 2 5 奥野製薬工業株式会社内

【氏名】 中岸 豊

【発明者】

【住所又は居所】 大阪府大阪市鶴見区放出東1丁目10-25 奥野製薬  
工業株式会社内

【氏名】 坂口 雅章

【特許出願人】

【識別番号】 399045008

【氏名又は名称】 富士電機画像デバイス株式会社

【特許出願人】

【識別番号】 591021028

【氏名又は名称】 奥野製薬工業株式会社

【代理人】

【識別番号】 100096714

【弁理士】

【氏名又は名称】 本多 一郎

【選任した代理人】

【識別番号】 100096161

【弁理士】

【氏名又は名称】 本多 敬子

【手数料の表示】

【予納台帳番号】 026516

【納付金額】 21,000円

【提出物件の目録】

【物件名】 明細書 1

【物件名】 図面 1

【物件名】 要約書 1

【包括委任状番号】 9908305

【プルーフの要否】 要

【書類名】 明細書

【発明の名称】 電子写真感光体用基板、電子写真感光体および電子写真装置

【特許請求の範囲】

【請求項 1】 表面にアルミニウム陽極酸化皮膜を有し、接触帯電プロセスに用いられる電子写真感光体用基板において、前記陽極酸化皮膜が、陰イオン界面活性剤を添加した封孔処理剤により封孔処理された膜であることを特徴とする電子写真感光体用基板。

【請求項 2】 封孔処理されたアルミニウム陽極酸化皮膜が、陰イオン界面活性剤を、封孔堆積物の形成を妨害するに必要な量添加した封孔処理剤により封孔処理が施された膜であることを特徴とする請求項 1 記載の電子写真感光体用基板。

【請求項 3】 陰イオン界面活性剤としてリン酸エステル系界面活性剤を用いることを特徴とする請求項 1 または 2 記載の電子写真感光体用基板。

【請求項 4】 リン酸エステル系界面活性剤の水に対する濃度が 0. 1 ～ 2. 0 g / l であることを特徴とする請求項 3 記載の電子写真感光体用基板。

【請求項 5】 陰イオン界面活性剤としてナフタレンスルホン酸のホルムアルデヒド縮合物を用いることを特徴とする請求項 1 または 2 記載の電子写真感光体用基板。

【請求項 6】 ナフタレンスルホン酸のホルムアルデヒド縮合物の水に対する濃度が 0. 1 ～ 3. 0 g / l であることを特徴とする請求項 5 記載の電子写真感光体用基板。

【請求項 7】 陰イオン界面活性剤としてビスフェノール A スルホン酸のホルムアルデヒド縮合物を用いることを特徴とする請求項 1 または 2 記載の電子写真感光体用基板。

【請求項 8】 ビスフェノール A スルホン酸のホルムアルデヒド縮合物の水に対する濃度が 0. 2 ～ 5. 0 g / l であることを特徴とする請求項 7 記載の電子写真感光体用基板。

【請求項 9】 封孔処理剤に酢酸ニッケルを添加することを特徴とする請求項 1 ないし 7 のいずれか一項に記載の電子写真感光体用基板。

【請求項 1 0】 請求項 1 ないし 9 のいずれか一項に記載の電子写真感光体用基板を用いる電子写真感光体。

【請求項 1 1】 請求項 1 0 記載の電子写真感光体と接触帯電装置を備えることを特徴とする電子写真装置。

【請求項 1 2】 反転現像方式であることを特徴とする請求項 1 1 記載の電子写真装置。

【発明の詳細な説明】

【0 0 0 1】

【発明の属する技術分野】

帯電機構に接触帯電法を少なくとも一つ用いる電子写真プロセス（以下、接触帯電プロセスとも称す）に使用する電子写真感光体用基板、電子写真感光体と、この感光体を備える電子写真装置に関する。

【0 0 0 2】

【従来の技術】

電子写真の技術は従来から複写機の分野で発展を遂げ、最近ではレーザープリンターなどにも応用され、従来のインパクトプリンターとは比較にならないほど高画質、高速、静粛性を誇っている。これらの装置に搭載されている電子写真感光体は導電性の円筒状基板表面に光導電層を設けて形成される。その光導電層の材料としては光導電性の有機材料を含むものが主流であり、その層構成は機能分離型構造（積層型）が一般的である。そのような積層型としては、アルミニウム基板上に下引層（UCL）、電荷発生層（CGL）、電荷輸送層（CTL）の順序で積層した負帯電型の感光体がよく知られている。ここで下引層としては通常、ポリアミド系樹脂を主体にしたものがよく採用される。しかし、この下引層は安価な反面、対環境性、特に湿度による特性変動が顕著なため問題が多い。その対策としては、前述のポリアミド系樹脂膜に代えて、アルミニウム基板を陽極酸化処理して形成された陽極酸化皮膜を下引層とすることがある。特に、高温高湿環境下における信頼性については陽極酸化皮膜の方が有利といわれている。

【0 0 0 3】

一方、従来、電子写真プロセスの帯電機構は主にコロナ放電方式が用いられて

いたが、最近では、帯電効率の向上や装置の小型化、オゾン発生量の削減等を目的として、感光体表面に直接帯電部材を接触させて帯電を行う接触帯電法を用いる装置が増加している。しかし、接触帯電法では、基板表面の微少な凹凸に起因する感光層の絶縁破壊を生じ易いという問題がある。

#### 【 0 0 0 4 】

ここでいう接触帯電装置とは、電子写真プロセスにおける帯電プロセスに用いられる接触帯電装置の他に、転写プロセスに用いられる接触転写装置等の、電子写真感光体に接触して帯電させる装置を含む。接触転写においては、通常、紙などが感光体と接触転写装置の間に介在するため、絶縁破壊は起こりにくい。カット紙の場合、次の用紙との間において、直接、感光体と接触転写装置が接触することを避けられないので、同様に絶縁破壊を起こすことが問題となる。特にOHPシートを使用した場合、転写電圧が高くなるので、絶縁破壊が起こり易い。具体的には、基板表面の微小な材料欠陥や基板表面の切削時の微小なササクレなどが存在すると、電圧印加時にその部分に電界が集中して絶縁破壊を発生させる。この絶縁破壊が発生すると、反転現像方式の場合においては、白紙部における黒点の原因となり、正規現像においては、黒部における白点になるので、それらが多い場合は致命的な印字障害となってしまう。特に反転現像の場合には微少な黒点でも出現し易いので、問題となる頻度が高い。

#### 【 0 0 0 5 】

このような絶縁破壊に基づく問題に対しては、種々の改善案が提案されている。例えば特許第2661418号には感光体に使用するアルミニウム基板の表面を陽極酸化する方法が開示されている。しかしながら、この問題に対しては、本発明者らによる詳細な調査の結果、それらの方法のみで解決できるのはせいぜい直径0.5mm以上の比較的大きい印字欠陥であって、実使用上問題となる帯電時のリーク（絶縁破壊）による微少な印字欠陥（直径0.1～0.5mm程度）に対しては、必ずしも十分な解決策とはいえなかった。

#### 【 0 0 0 6 】

##### 【発明が解決しようとする課題】

本発明は、以上述べた点に鑑みて、封孔処理されたアルミニウム陽極酸化皮膜

を表面に有する基板と、この基板表面上に感光層を備えた電子写真感光体を、接触帯電プロセスにおいて使用する際に、直径0.1～0.5mm程度の微少な絶縁破壊の発生を防止することのできる電子写真感光体基板、電子写真感光体、およびこの感光体を用いた電子写真装置の提供を目的とする。さらには、特に反転現像方式の接触帯電方式に使用される前記基板、電子写真感光体および電子写真装置の提供を目的とする。

【0007】

【課題を解決するための手段】

請求項1に記載の発明によれば、表面にアルミニウム陽極酸化皮膜を有し、接触帯電プロセスに用いられる電子写真感光体用基板において、前記陽極酸化皮膜が、陰イオン界面活性剤を添加した封孔処理剤により封孔処理された膜である電子写真感光体用基板とすることにより、前記目的が達成される。

【0008】

請求項2に記載の発明によれば、封孔処理されたアルミニウム陽極酸化皮膜が、陰イオン界面活性剤を、封孔堆積物の形成を妨害するに必要な量添加した封孔処理剤により封孔処理が施された膜である電子写真感光体用基板とすることが好ましい。

【0009】

請求項3に記載の発明によれば、陰イオン界面活性剤としてリン酸エステル系界面活性剤を用いる請求項1または2記載の電子写真感光体用基板とすることが好ましい。

【0010】

請求項4に記載の発明によれば、リン酸エステル系界面活性剤の水に対する濃度が0.1～2.0g/lである請求項3記載の電子写真感光体用基板とすることが好適である。

【0011】

請求項5に記載の発明によれば、陰イオン界面活性剤としてナフタレンスルホン酸のホルムアルデヒド縮合物を用いる請求項1または2記載の電子写真感光体用基板とすることが望ましい。

【 0 0 1 2 】

請求項 6 に記載の発明によれば、ナフタレンスルホン酸のホルムアルデヒド縮合物の水に対する濃度が 0. 1 ～ 3. 0 g / l である請求項 5 記載の電子写真感光体用基板とすることが望ましい。

【 0 0 1 3 】

請求項 7 に記載の発明によれば、陰イオン界面活性剤としてビスフェノール A スルホン酸のホルムアルデヒド縮合物を用いることを特徴とする請求項 1 または 2 記載の電子写真感光体用基板とすることが適当である。

【 0 0 1 4 】

請求項 8 に記載の発明によれば、ビスフェノール A スルホン酸のホルムアルデヒド縮合物の水に対する濃度が 0. 2 ～ 5. 0 g / l である請求項 7 記載の電子写真感光体用基板とすることが適切である。

【 0 0 1 5 】

請求項 9 に記載の発明によれば、封孔処理剤に酢酸ニッケルを添加する請求項 1 ないし 7 のいずれか一項に記載の電子写真感光体用基板とすることが好ましい。

【 0 0 1 6 】

請求項 1 0 に記載の発明によれば、請求項 1 ないし 9 のいずれか一項に記載の電子写真感光体用基板を用いる電子写真感光体とすることにより、前記目的が達成される。

【 0 0 1 7 】

請求項 1 1 に記載の発明によれば、請求項 1 0 記載の電子写真感光体と接触帯電装置を備える電子写真装置とすることにより、前記目的が達成され、請求項 1 2 に記載の発明によれば、反転現像方式である請求項 1 1 記載の電子写真装置とすることが好ましい。

【 0 0 1 8 】

本発明にかかる詳しいメカニズムは不明であるが、アルミニウム陽極酸化皮膜の封孔処理において、封孔処理剤に含まれる所定濃度の陰イオン界面活性剤が、皮膜表面の封孔の均一性を調整し、電界が集中して絶縁破壊を起こす原因となる



表面の封孔堆積物を形成し難くするためと考えられる。具体的には前記界面活性剤がアルミニウム陽極酸化皮膜の通電孔から溶出して封孔液中に溶存する水和アルミニウム粉末の表面に吸着するか、またはアルミニウム陽極酸化皮膜表面に吸着することにより、水和アルミニウムの各粉末の集合や陽極酸化皮膜表面への堆積を阻止する結果、封孔堆積物が生成し難くなるものと考えられる。さらに封孔処理剤に酢酸ニッケルを添加する酢酸ニッケル封孔の場合も、本発明にかかる界面活性剤により、加水分解された水酸化ニッケルの、封孔表面への堆積が前述と同様に防止されると考えられる。

## 【0019】

本発明にかかる界面活性剤とは、簡単に表現すれば、一分子中に親水性部分と親油性部分を共に備える化合物である。その性質は溶液や分散液中において、溶媒と溶質または分散質との界面に吸着、配向し、界面張力を低下させる作用を有する。この親油性部分が一部解離した場合に示すイオン性により、それぞれ、陰イオン、陽イオン、両性、非イオン界面活性剤などに大別される。

## 【0020】

本発明にかかる陰イオン界面活性剤には、カルボン酸塩系、スルホン酸塩系、硫酸エステル塩系、りん酸エステル塩系、重合型高分子系、重縮合型高分子系などがある。本発明においては、前記の分類に含まれるいずれの陰イオン界面活性剤も効果を有するが、特に、りん酸エステル系界面活性剤、重縮合型高分子系であるナフタレンスルホン酸ホルムアルデヒド縮合物が好適である。

## 【0021】

具体的には、りん酸エステル系界面活性剤としては、東邦化学工業（株）製フオスファノールRS610、旭電化工業（株）製アデカコールPS、CS、TS、花王（株）製エレクトロストリッパーN、K。

## 【0022】

ナフタレンスルホン酸のホルムアルデヒド縮合物として、花王（株）製デモールN、RN、NL、RN-L、T、三洋化成工業（株）製イオネットD-2、東邦化学工業（株）製ルノックス1000。

## 【0023】

ビスフェノールAスルホン酸のホルムアルデヒド縮合物として、センカ（株）製AMN-1などが挙げられる。これらの界面活性剤の封孔処理剤への添加量は封孔堆積物の形成と密接な関係がある。本発明に必要な添加量は各界面活性剤ごとに異なる。要は画像欠陥につながる絶縁破壊を起こす程度の封孔堆積物の形成を防ぐことができるかどうかで決まる。前述の陰イオン界面活性剤の封孔処理剤への添加量は、純水に対して0.01～10g/lの範囲となるように添加することが好ましい。

## 【0024】

なお、特開平10-333342号公報には、封孔処理後の洗浄液に界面活性剤を含有させる記載があるが、この場合は、界面活性剤を含む洗浄液によって前述のような堆積物を封孔時に溶解して無くすものではないので、相互の技術思想は全く異なるものである。

## 【0025】

また、特開平11-84705号公報には0023段落に「高温封孔処理および低温封孔処理、いずれの封孔処理工程においても、支持体表面の、処理液との塗れ性向上の目的から処理液中に界面活性剤が含まれていてもよくまたは含まれていなくてもよい。」とあるが、その後「界面活性剤が含まれていないことが好ましい」とも記載されている。そのため、後述の実施例の記載においては、封孔処理液に界面活性剤は含まれていない。

## 【0026】

さらに、前述の特許第2661418号公報にも界面活性剤をフッ化ニッケルや酢酸ニッケルなどの封孔液に添加してもよいという記載はあるが、実施例において、具体的に添加された例は記載されていない。

## 【0027】

さらにまた、本願発明と同一発明者らの特開平11-38662号公報には、封孔処理液に特定の陰イオン界面活性剤を添加することにより、所定のアドミタンス値を実現し、皮膜の垂直方向の成長を抑制し、均一かつ平滑で塗れ性の高い表面を、高い封孔度で有する感光体基板を提供する記載があり、前記の特定の陰イオン界面活性剤として、リン酸エステル系、ナフタレンスルホン酸系ホルムア

ルデヒド縮合物、ビスフェノール A スルホン酸系ホルムアルデヒド縮合物の開示がある。

#### 【 0 0 2 8 】

しかし、これらの特定の陰イオン界面活性剤の封孔処理液に中における最適な添加量（濃度）と、この封孔処理が施されたアルミニウム陽極酸化皮膜を備えた感光体基板を用いた感光体を接触帯電プロセスを有する電子写真装置で使用した場合に発生し易い絶縁破壊との関係にかかる本発明については、その開示だけでなく、示唆すら全くされていない。

#### 【 0 0 2 9 】

##### 【発明の実施の形態】

以下、この発明にかかる電子写真感光体用基板、感光体を用いた電子写真装置について、図面を用いて詳細に説明する。

#### 【 0 0 3 0 】

この発明は以下の説明に限定されるものではない。

図 1 は本発明にかかる接触帯電プロセス用の電子写真感光体 1 0 の模式的断面図であり、電子写真感光体用基板 1 1 上に形成されたアルミニウム陽極酸化皮膜 1 2 上に、感光層 1 3 が積層されている。この感光層 1 3 は電荷発生層 1 3 1 上に電荷輸送層 1 3 2 が積層されてなる。

#### 【 0 0 3 1 】

図 2 に接触帯電法を用いた電子写真プロセスを含む電子写真装置の概略図を示す。このプロセスは、基板 1 1 とその外周面上に被覆された感光層 1 3 からなる電子写真感光体 1 0 の周面上にローラ帯電部材 1、像露光手段 3、現像器 4、給紙ローラと給紙ガイド 5、転写帯電器（直接帯電型） 6、クリーナ 7、除電手段 8 が配置されている。画像形成の方法は、まず、電子写真感光体 1 0 上に接触配置されている帯電部材 1 に図示しない電源から供給される電圧を印加して感光体 1 0 表面を帯電し、像露光手段 3 によって原稿に対応した画像を感光体 1 0 に像露光し、静電潜像を形成する。次に、現像器 4 中のトナーを感光体 1 0 に付着させることにより感光体 1 0 上の静電潜像を現像（可視像化）する。さらに感光体 1 0 上に形成されたトナー像を給紙ローラと給紙ガイド 5 を通して供給された

紙などの転写材上に転写帯電器 6 によって転写し、クリーナ 7 によって、転写材に転写されずに感光体 10 上に残った残トナーを回収する。なお、感光層 13 内部に残留電荷が残るような場合には、除電手段 8 によって感光体 10 に適切な電圧を印加して除電または光を用いた除電をしたほうがよい。一方、トナー像が形成された転写材は搬送部 9 によって図示しない定着器に送られてトナー像が定着される。

## 【 0 0 3 2 】

この電子写真装置において、像露光手段 3 の光源はハロゲン光、蛍光灯、レーザー光などを用いることができる。また必要に応じて他の補助プロセスを加えてもよい。本発明にかかる接触による帯電プロセスは帯電プロセスだけでなく転写プロセスでもおこなわれる。

## 【 0 0 3 3 】

このような電子写真装置としては、複写機だけでなくレーザービームプリンタ、ファクシミリ、電子写真製版システムなどがある。

## 【 0 0 3 4 】

図 2 に示す帯電ローラ 1 として、例えば 6 mm  $\phi$  のステンレス棒からなる軸（芯材）を、抵抗率  $10^8 \Omega \text{ cm}$  の導電性 EPDM ゴムを用いて 12 mm  $\phi$  となるように被覆し、さらに抵抗率  $10^{10} \Omega \text{ cm}$  のポリアミド樹脂からなる表面層を 0.1  $\mu \text{ m}$  の厚さで形成したものが用いられる。この帯電ローラ 1 は感光体 10 に適切な圧力（帯電ローラの軸に 5 N / cm を加重）で接触しており、図示しない高圧電源からこの帯電ローラ 1 に 1.0 KV の直流電圧にピーク間電圧 2.0 KV を重畳した脈流電圧が印加され、感光体 10 の表面が帯電される。なお、接触帯電部材の形状としては前記のローラその他ブラシ状、ブレード状のものを用いることもできる。

## 【 0 0 3 5 】

本発明にかかる電子写真感光体は、アルミニウムの陽極酸化皮膜形成後、封孔処理を陰イオン界面活性剤、特にリン酸エステル系界面活性剤、ナフタレンスルホン酸系ホルムアルデヒド縮合物、ビスフェノール A スルホン酸ホルムアルデヒド縮合物などのいずれかを所定濃度含む処理液により適宜に行って得られる基

板に、感光層を形成することにより、作製される。

【 0 0 3 6 】

次に、本発明にかかる電子写真感光体の具体的構成を説明する。

感光体には一般的に負帯電機能分離積層型感光体、正帯電機能分離積層型感光体、さらに正帯電単層型感光体などがあるが、ここでは本発明の好適形態である負帯電機能分離積層型感光体を例にとり、具体的に説明する。

【 0 0 3 7 】

負帯電機能分離積層型感光体においては、通常、導電性基板上に形成された下引層上に感光層が積層されている。本発明においては、この下引層として、アルミニウムの陽極酸化皮膜を形成し、特殊な封孔処理を施したものである。かかる感光層は電荷発生層上に電荷輸送層が積層されてなり、電荷発生層と電荷輸送層とに機能分離した機能分離型である。

【 0 0 3 8 】

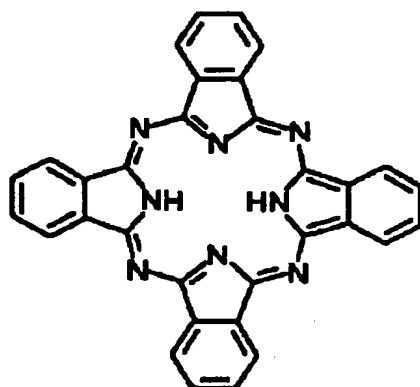
導電性基板は感光体の電極としての役目と同時に他の各層の支持体としての役目も持っており、円筒状、板状、フィルム状のいずれでもよいアルミニウム基板である。アルミニウムの材質としては、J I S 規定の 3 0 0 3、6 0 6 3 などのアルミニウム合金が好ましい。このアルミニウム基板は表面に前記陽極酸化皮膜を有する。

【 0 0 3 9 】

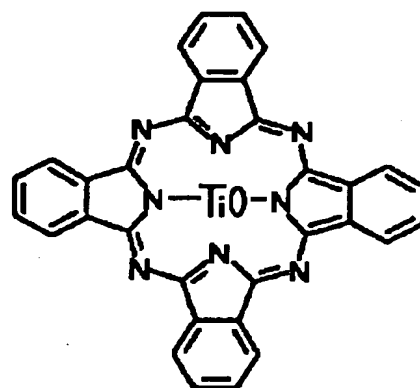
電荷発生層は有機光導電性物質を真空蒸着するか、または有機光導電性物質を樹脂バインダー中に分散させた材料を塗布して形成され、光を受容して正孔電子対を発生する。ここで発生した正孔電子対は、感光層に加えられた電界下、それぞれの極性に従ってしかるべき感光層界面に移動する。電荷発生層からの正孔電子のそれぞれの移動性は、その電場依存性が少なく、低電場でも注入の良いことが望ましい。かかる電荷発生層に用いる電荷発生物質として、下記に具体例 I - 1 ~ 4 として示すような各種金属、無金属フタロシアニン化合物、多環キノン化合物、およびこれらの誘導体を用いることができる。

【 0 0 4 0 】

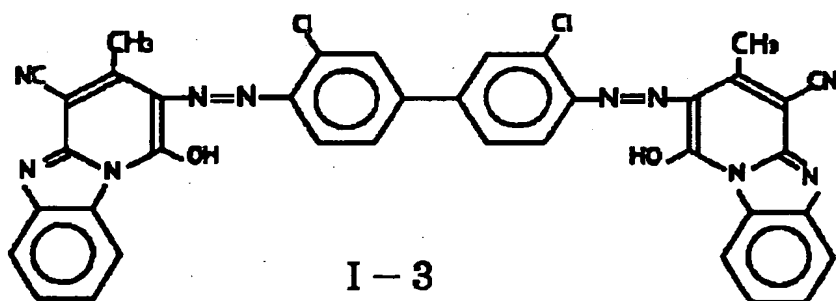
【化1】



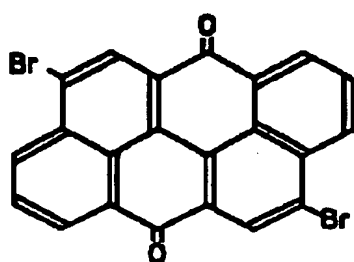
I-1



I-2



I-3



I-4

【0041】

電荷発生層用のバインダーとしてはポリカーボネート、ポリエステル、ポリアミド、ポリウレタン、エポキシ、ポリビニルブチラール、ポリビニルアセタール、フェノキシ樹脂、シリコン樹脂、アクリル樹脂、塩化ビニル樹脂、塩化ビニリデン樹脂、酢酸ビニル樹脂、ホルマール樹脂、セルロース樹脂、またはこれらの共重合体、およびこれらのハロゲン化物、シアノエチル化合物を用いることができる。電荷発生層の厚さは0.1～5  $\mu\text{m}$ 、好ましくは1  $\mu\text{m}$ 以下である。

【0042】

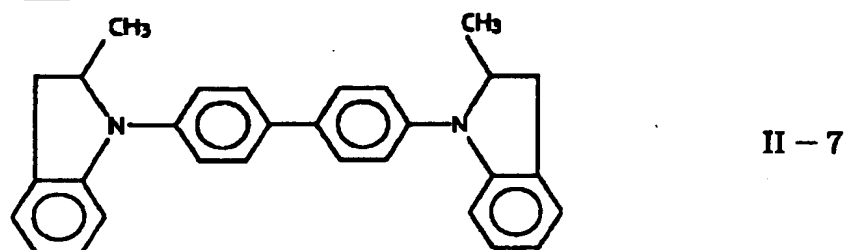
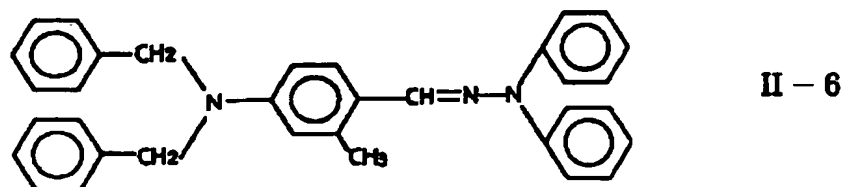
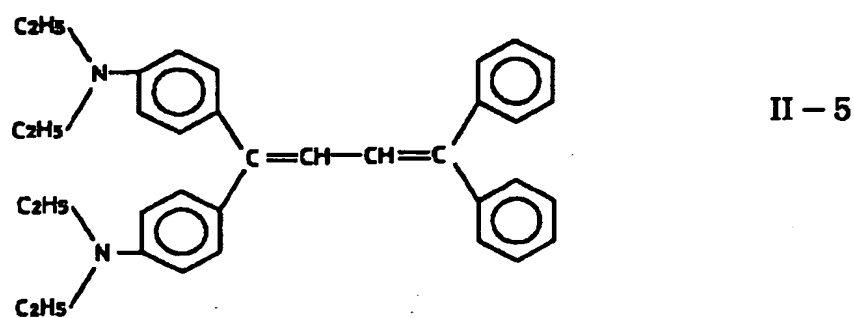
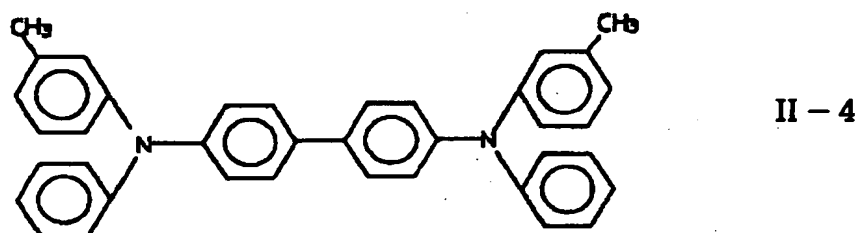
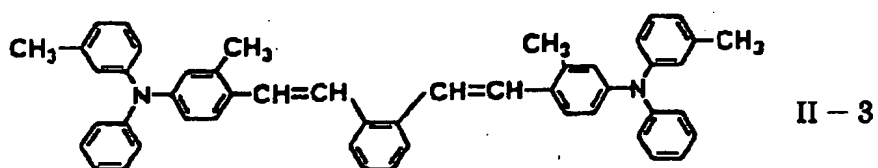
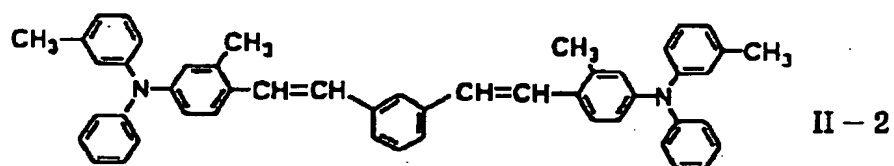
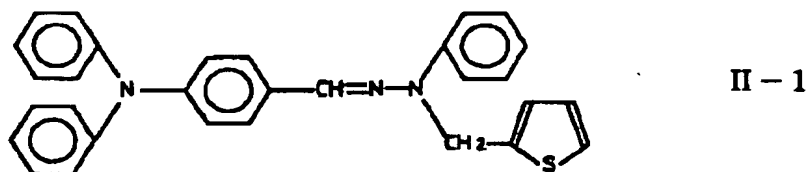
これらのフタロシアニン化合物の使用量は樹脂バインダー10重量部に対し、1～200重量部、好ましくは5～50重量部である。

【0043】

電荷輸送層は樹脂バインダー中に有機電荷輸送物質を分散させた材料からなる塗膜であり、暗所では絶縁層として感光体の電荷を保持し、光受容時には電荷発生層から注入される電荷を輸送する機能を有する。電荷輸送層における電荷輸送物質としては、下記に具体例II-1～7として示すように各種ヒドラゾン、スチリル、ジアミン、ブタジエン、インドール化合物およびこれらの混合物を用いることができる。

【0044】

【化 2】



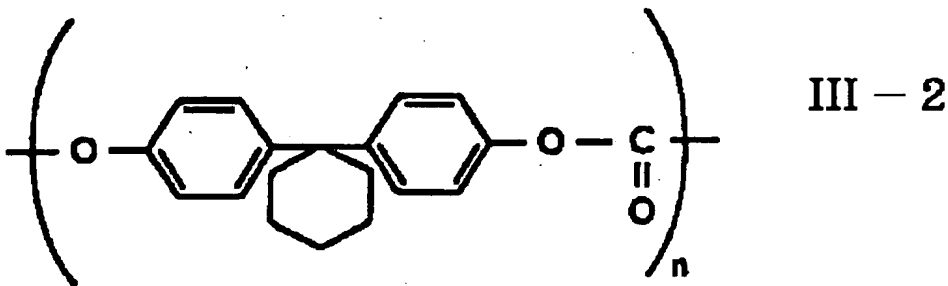
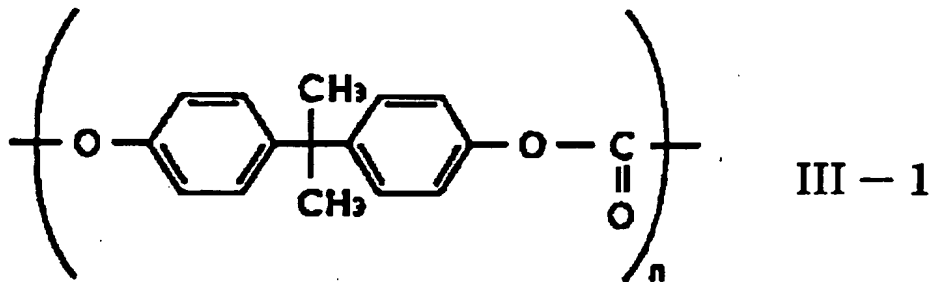


## 【 0 0 4 5 】

電荷輸送層のバインダーとしてはポリカーボネート樹脂、ポリスチレン樹脂、ポリフェニレンエーテル樹脂、アクリル樹脂などが公知の樹脂として検討されているが、膜強度ならびに耐刷性面でポリカーボネート樹脂が現状最も優れた材料系として広く実用に供されている。かかるポリカーボネート樹脂としては、下記に具体例 I I I - 1 ~ 2 として示すようなビスフェノール A 型、ビスフェノール Z 型等および各種共重合体からなる樹脂が挙げられる。

## 【 0 0 4 6 】

## 【 化 3 】

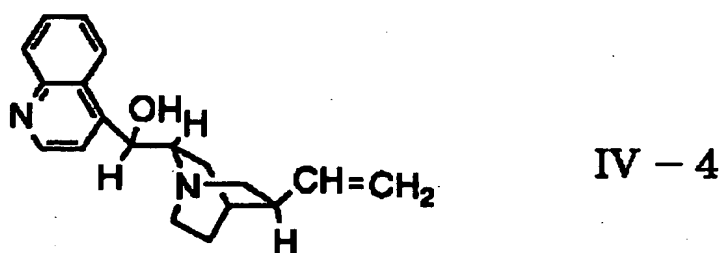
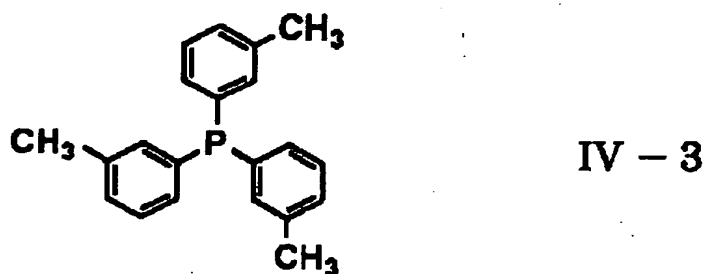
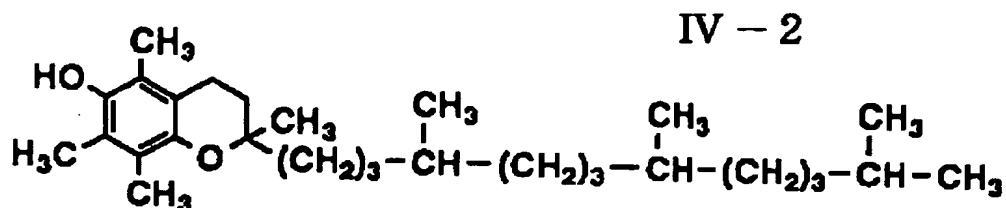
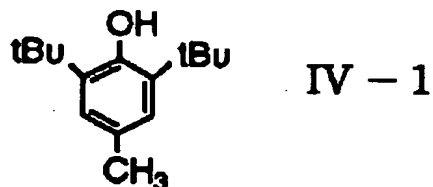


## 【 0 0 4 7 】

かかるポリカーボネート樹脂の平均分子量範囲は1万~10万である。さらに、電荷輸送層に添加する酸化防止剤としては、下記 I V - 1 ~ 4 として示すような酸化防止剤の単独または適宜組み合わせる用いることができる。電荷輸送層の厚さは10~50 μmの範囲が望ましい。

【0048】

【化4】



【0049】

電荷発生層、電荷輸送層には感度の向上や残留電位の減少、あるいは耐環境性や有害な光に対する安定性向上などを目的として、必要に応じて電子受容性物質や酸化防止剤、光安定剤等を添加することができる。また、必要に応じて上述の感光層上に耐環境性や機械的強度を向上させる目的で、表面保護層を設けても良い。この表面保護層は光の透過を著しく妨げないものが望ましい。

## 【 0 0 5 0 】

## 【実施例】

以下、本発明について、実施例に基づいて詳細に説明する。

## 〈感光体グループ1〉

アルミニウム管（J I S - A 6 0 6 3 材）を旋盤で所望の寸法（直径：3 0 m m、全長3 3 5 m m）および所定の表面粗さのアルミニウム素管に切削加工し、この素管をアルカリ洗剤（トップアルクリーン1 0 1：奥野製薬工業（株） 濃度3 0 g / l、6 0℃）で3 分間、脱脂洗浄した後、純水で十分に置換洗浄する。さらに、エッチング剤（トップアルソフト1 0 8：奥野製薬工業（株） 濃度5 0 g / l、5 0℃）で2 0 秒間エッチング処理し、純水で十分に洗浄した後、中和剤（トップデスマットN 2 0：奥野製薬工業（株）：1 0 0 m l / l、常温）で中和処理をする。

## 【 0 0 5 1 】

水洗の後、遊離硫酸濃度1 8 0 g / l、温度2 0℃、電流密度0. 7 4 A / d m<sup>2</sup>、液中アルミニウム濃度3 g / lの条件で電解処理し、アルミニウム陽極酸化皮膜を8 μ mの厚さに形成した。

## 【 0 0 5 2 】

続いて行う封孔処理については、本発明の効果を確認するために、界面活性剤としてりん酸エステル系界面活性剤（商品名：東邦化学工業（株）製フォスファノールR S - 6 1 0）を純水に対し、各0. 0 1、0. 0 5、0. 1、1. 0、2. 0、2. 5、3. 0、5. 0 g / l（計8種－実験例1 - 1ないし実験例1 - 8）になるように添加し、酢酸アンモニウムでp Hを5 ~ 8に調整した純水封孔処理液を用意し、前記各陽極酸化皮膜付きのアルミニウム素管を、温度を9 0℃に保って1 0 分間処理し、純水ですすいだ。

## 【 0 0 5 3 】

得られた各アルミニウム素管試料の表面をアルカリ洗剤（カストロール4 5 0：カストロール（株））の2 %液を用い、ナイロンブラシにより1 分間こすり洗浄を行い、純水ですすぎ、6 0℃で乾燥させた。それらの素管試料について、以下の組成からなる材料を分散機で分散して調整した電荷発生層（C G L）用塗布

液を用いて浸漬塗工し、塗工後、100℃で30分間乾燥して膜厚0.3  $\mu\text{m}$ のCGLを形成した。

X型無金属フタロシアニン (I-1)	1部
塩化ビニル系共重合樹脂 (MR-110 日本ゼオン(株))	1部
塩化メチレン	98部

## 【0054】

次に、その上に、以下の組成の電荷輸送層 (CTL) 用塗布液を浸漬塗工し、100℃、30分間乾燥して膜厚25  $\mu\text{m}$ の電荷輸送層を形成した。

ヒドラゾン系電荷輸送物質：前記式 (II-1) の化合物	10部
バインダー樹脂：ビスフェノールZ型ポリカーボネート 前記式 (III-2)	
(パンライトTS2050 帝人化成(株))	10部
酸化防止剤：BHT 前記式 (IV-1) の化合物	0.5部
塩化メチレン	80部

以上のようにして、積層型有機感光体を作製した。

## 【0055】

## 〈感光体グループ2〉

純水封孔処理の界面活性剤として、りん酸エステル系界面活性剤の代わりに、ナフタレンスルホン酸のホルムアルデヒド縮合物 (商品名：花王(株)製デモールN) を純水に対して各0.05、0.1、1.0、2.0、3.0、4.0、8.0、10.0 g/l (計8種—実験例2-1ないし実験例2-8) になるように添加した以外は〈感光体グループ1〉と同様におこなった。

## 【0056】

## 〈感光体グループ3〉

純水封孔処理の界面活性剤として、りん酸エステル系界面活性剤の代わりに、ビスフェノールAスルホン酸のホルムアルデヒド縮合物 (商品名：(株)センカ製AMN-1) を純水に対して各0.1、0.2、1.0、3.0、5.0、6.0、10.0、20.0 g/l (計8種—実験例3-1ないし実験例3-8) になるように添加した以外は〈感光体グループ1〉と同様におこなった。

## 【0057】

〈感光体グループ4〉

純水封孔処理の界面活性剤として、りん酸エステル系界面活性剤の代わりに、脂肪族カルボン酸塩界面活性剤（商品名：花王（株）製NSソープ）を純水に対して各0.01、0.05、0.1、0.5、1.0、5.0、10.0、20.0 g/l（計8種－実験例4－1ないし実験例4－8）になるように添加した以外は〈感光体グループ1〉と同様におこなった。

【0058】

（比較実験例1）

封孔処理の界面活性剤としてのりん酸エステル系界面活性剤を入れなかった以外は〈感光体グループ1〉と同様におこなった。

【0059】

〈感光体グループ5〉

封孔処理の封孔処理剤として、酢酸ニッケル（ $\text{Ni}(\text{CH}_3\text{COO})_2$ ）を純水に対して30 g/lになるように添加して、いわゆる、酢酸ニッケル封孔とした以外は〈感光体グループ1〉と同様に行った。（計8種－実験例5－1ないし実験例5－8）

【0060】

〈感光体グループ6〉

封孔処理の封孔処理剤として、酢酸ニッケルを純水に対して30 g/lになるように添加した以外は〈感光体グループ2〉と同様に行った。（計8種－実験例6－1ないし実験例6－8）

【0061】

〈感光体グループ7〉

純水封孔処理の封孔処理剤として、酢酸ニッケルを純水に対して30 g/lになるように添加した以外は〈感光体グループ3〉と同様に行った。（計8種－実験例7－1ないし実験例7－8）

【0062】

〈感光体グループ8〉

純水封孔処理の封孔処理剤として、酢酸ニッケルを純水に対して30 g/lに

なるように添加した以外は〈感光体グループ4〉と同様に行った。(計8種—実験例8-1ないし実験例8-8)

【0063】

(比較実験例2)

封孔処理の封孔処理剤として、酢酸ニッケルを純水に対して30g/lになるように添加した以外は比較実験例1と同様に行った。

【0064】

(評価方法)

以上の各実験例、比較実験例において作製された各感光体試料を、接触帯電装置によって帯電を行い、反転現像方式の半導体レーザープリンターであるヒューレット・パカード社製LASER JET 5に装着し、印字画像品質の評価を行った。

【0065】

印字画像品質の評価は、温度20℃湿度55%の環境で、A4普通紙を用い、印字領域約5%の画像を1枚印字後、白べた画像を印字して、白べた印字画像100cm<sup>2</sup>の範囲に存在する直径約0.1~0.5mmの黒点の数を目視にて計測した。黒点の数が0個のものを総合判定○とし、1~10個のものを△、11個以上のものを×とした。

以上の評価結果を下記表1、表2に示す。

【0066】

【表1】

	界面活性剤		封孔処理剤		印字欠陥直径 約0.1~0.5mm の個数 (100cm <sup>2</sup> あた り)	総 合 判 定
		濃度 (g/l)		濃度 (g/l)		
実験例1-1	りん酸エステル 系界面活性剤： フォスファノー ルRS-610	0.01	なし	---	9	△
実験例1-2		0.05			4	△
実験例1-3		0.1			0	○
実験例1-4		1.0			0	○
実験例1-5		2.0			0	○
実験例1-6		2.5			5	△
実験例1-7		3.0			8	△
実験例1-8		5.0			7	△
実験例2-1	ナフタレンスル ホン酸のホルム アルデヒド縮合 物： デモールN	0.05	なし	---	3	△
実験例2-2		0.1			0	○
実験例2-3		1.0			0	○
実験例2-4		2.0			0	○
実験例2-5		3.0			0	○
実験例2-6		4.0			1	△
実験例2-7		8.0			5	△
実験例2-8		10.0			7	△
実験例3-1	ビスフェノール Aスルホン酸の ホルムアルデヒ ド縮合物： AMN-1	0.1	なし	---	4	△
実験例3-2		0.2			0	○
実験例3-3		1.0			0	○
実験例3-4		3.0			0	○
実験例3-5		5.0			0	○
実験例3-6		6.0			2	△
実験例3-7		10.0			5	△
実験例3-8		20.0			4	△
実験例4-1	脂肪族カルボン 酸塩： NSソーブ	0.01	なし	---	8	△
実験例4-2		0.05			3	△
実験例4-3		0.1			5	△
実験例4-4		0.5			2	△
実験例4-5		1.0			7	△
実験例4-6		5.0			6	△
実験例4-7		10.0			10	△
実験例4-8		20.0			10	△
比較実験例1	なし	---	なし	---	15	×

【0067】

【表 2】

	界面活性剤		封孔処理剤		印字欠陥直径 約0.1～0.5mm の個数 (100cm <sup>2</sup> あた り)	總 合 判 定
		濃度 (g/l)		濃度 (g/l)		
実験例5-1	りん酸エステル 系界面活性剤： フォスファノー ルRS-610	0.01	酢酸ニッケ ル	30	無数	×
実験例5-2		0.05			9	△
実験例5-3		0.1			0	○
実験例5-4		1.0			0	○
実験例5-5		2.0			0	○
実験例5-6		2.5			3	△
実験例5-7		3.0			6	△
実験例5-8		5.0			16	×
実験例6-1	ナフタレンスル ホン酸のホルム アルデヒド縮合 物： デモールN	0.05	酢酸ニッケ ル	30	25	×
実験例6-2		0.1			0	○
実験例6-3		1.0			0	○
実験例6-4		2.0			0	○
実験例6-5		3.0			0	○
実験例6-6		4.0			3	△
実験例6-7		8.0			14	×
実験例6-8		10.0			無数	×
実験例7-1	ビスフェノール Aスルホン酸の ホルムアルデヒ ド縮合物： AMN-1	0.1	酢酸ニッケ ル	30	9	△
実験例7-2		0.2			0	○
実験例7-3		1.0			0	○
実験例7-4		3.0			0	○
実験例7-5		5.0			0	○
実験例7-6		6.0			8	△
実験例7-7		10.0			15	×
実験例7-8		20.0			11	×
実験例8-1	脂肪族カルボン 酸塩： NSソープ	0.01	酢酸ニッケ ル	30	無数	×
実験例8-2		0.05			無数	×
実験例8-3		0.1			20	×
実験例8-4		0.5			28	×
実験例8-5		1.0			8	△
実験例8-6		5.0			14	×
実験例8-7		10.0			無数	×
実験例8-8		20.0			無数	×
比較実験例2	なし	---	酢酸ニッケ ル	30	無数	×



## 【0068】

表1、表2から、純水封孔にかかる実験例1-1～1-8のりん酸エステル系界面活性剤については、界面活性剤濃度が0.01～5.0g/lにおいて、印字欠陥（黒点）数の判定が△または○であり、本発明にかかる封孔堆積物の形成を妨害する作用が奏して、絶縁破壊の防止に効果があることを示している。特に、0.1～2.0g/lにおいて、黒点が全く無いという著しく優れた効果を示していることが明らかである。

## 【0069】

同様に〈感光体グループ2〉～〈感光体グループ8〉においても、それぞれ界面活性剤の種類によって、効果を示す濃度範囲および効果の程度は異なるが、界面活性剤を使用しない比較実験例に比べて本発明にかかる実験例は優れた効果を有することがわかる。それぞれ、本発明の効果が確認される界面活性剤の濃度範囲は、純水封孔にかかる〈感光体グループ2〉では、濃度範囲0.05～10.0g/lにおいて効果が認められ、0.1～3.0g/lにおいて著しく優れた効果が認められる。純水封孔にかかる〈感光体グループ3〉では、濃度範囲0.1～20.0g/lにおいて効果が認められ、0.2～5.0g/lにおいて著しく優れた効果が認められる。純水封孔にかかる〈感光体グループ4〉では、濃度範囲0.01～20.0g/lにおいて効果が認められる。酢酸ニッケル封孔にかかる〈感光体グループ5〉では、濃度範囲0.05～3.0g/lにおいて効果が認められ、0.1～2.0g/lにおいて著しく優れた効果が認められる。酢酸ニッケル封孔にかかる〈感光体グループ6〉では、濃度範囲0.1～4.0g/lにおいて効果が認められ、0.1～3.0g/lにおいて著しく優れた効果が認められる。酢酸ニッケル封孔にかかる〈感光体グループ7〉では、濃度範囲0.1～6.0g/lにおいて効果が認められ、0.2～5.0g/lにおいて著しく優れた効果が認められる。酢酸ニッケル封孔にかかる〈感光体グループ8〉では、濃度1.0g/lにおいて効果が認められる。

## 【0070】

## 【発明の効果】

本発明によれば、封孔処理されたアルミニウム陽極酸化皮膜を表面に有する電

子写真感光体用基板と、この基板表面上に感光層を備えた電子写真感光体において、前記封孔処理されたアルミニウム陽極酸化皮膜が、陰イオン界面活性剤を添加した封孔処理剤により封孔処理が施された膜である電子写真感光体用基板および電子写真感光体とすることにより、接触帯電時の感光層における微少な絶縁破壊をも防止することが可能となり、実用上有害となる直径約 0.1 ～ 0.5 mm 以上の黒点、白点等の印字障害を抑制できる。さらには、特に反転現像方式の前記接触帯電プロセスに使用される前記同様の電子写真感光体および電子写真装置において、効果が大きい。

【図面の簡単な説明】

【図 1】

本発明にかかる電子写真感光体の要部断面模式図である。

【図 2】

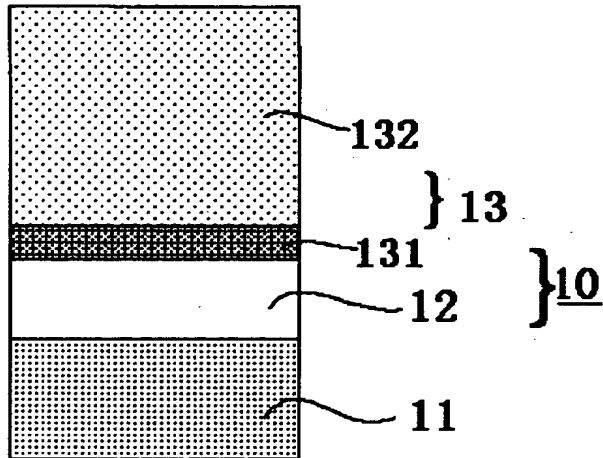
本発明にかかる電子写真感光体を使用した電子写真装置の概略構成図である。

【符号の説明】

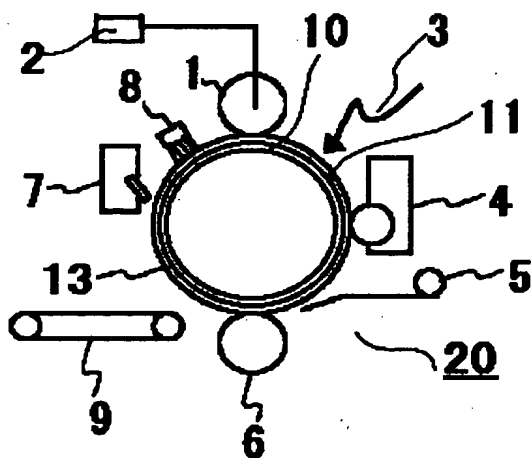
- 1 帯電ローラ
- 2 高圧電源
- 1 1 基板
- 1 2 アルミニウム陽極酸化皮膜
- 1 3 1 電荷発生層
- 1 3 2 電荷輸送層
- 1 3 感光層
- 1 0 電子写真感光体
- 2 0 電子写真装置

【書類名】 図面

【図 1】



【図 2】



【書類名】 要約書

【要約】

【課題】 直径 0.1 ～ 0.5 mm 程度の微少な絶縁破壊の発生を防止することのできる接触帯電プロセス用の電子写真用感光体用基板、感光体および電子写真装置の提供。

【解決手段】 封孔処理されたアルミニウム陽極酸化皮膜を表面に有する電子写真感光体用基板において、前記陽極酸化膜を、陰イオン界面活性剤を添加した封孔処理剤により封孔処理する。

【選択図】 図 1

特2001-061547

## 認定・付加情報

特許出願の番号	特願2001-061547
受付番号	50100312768
書類名	特許願
担当官	第二担当上席 0091
作成日	平成13年 3月 7日

### <認定情報・付加情報>

【提出日】 平成13年 3月 6日

次頁無

出 願 人 履 歴 情 報

識別番号 [399045008]

1. 変更年月日 1999年 7月19日  
[変更理由] 新規登録  
住 所 長野県松本市筑摩四丁目18番1号  
氏 名 富士電機画像デバイス株式会社

出 願 人 履 歴 情 報

識別番号 [591021028]

1. 変更年月日 1990年12月13日

[変更理由] 新規登録

住 所 大阪府大阪市中央区道修町4丁目7番10号

氏 名 奥野製薬工業株式会社